

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-172018

(43)Date of publication of application : 26.06.2001

(51)Int.Cl.

C01G 19/00
// C04B 35/457

(21)Application number : 11-357342

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 16.12.1999

(72)Inventor : ONO KEIJI
FUJIWARA SHINJI
SAEGUSA KUNIO

(54) METHOD FOR PRODUCING INDIUM OXIDE-TIN OXIDE POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method capable of easily producing a powdery ITO (indium tin oxide) having excellent sinterability and giving a sintered ITO having high density and containing uniformly dispersed tin oxide.

SOLUTION: The present invention relates to (1) a method for producing a powdery indium oxide-tin oxide by mixing an aqueous solution of an indium salt with β -stannic acid obtained by the reaction of metallic tin with an aqueous solution of nitric acid, neutralizing the obtained aqueous solution of indium salt containing dispersed β -stannic acid with an aqueous solution of an alkali and baking the produced precipitate containing indium and tin, (2) a method for the production of indium oxide-tin oxide powder described in the item (1) provided that the baking is carried out in a gaseous atmosphere containing ≥ 1 vol.% hydrogen halide gas or halogen gas, (3) a powdery indium oxide-tin oxide produced by the method described in the item (1) or (2) and having a 50% diameter of the cumulative particle size distribution of $\leq 1 \mu\text{m}$ and (4) a sintered indium oxide-tin oxide produced by sintering the powdery indium oxide-tin oxide described in the item (3).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2001-172018
(P2001-172018A)

(43)公開日 平成13年 6 月26日 (2001. 6. 26)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テームコード* (参考)

C 0 1 G 19/00

C 0 1 G 19/00

A 4 G 0 3 0

// C 0 4 B 35/457

C 0 4 B 35/00

R

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平11-357342

(22)出願日 平成11年12月16日 (1999. 12. 16)

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番33号

(72)発明者 大野 慶司

茨城県つくば市北原 6 住友化学工業株式
会社内

(72)発明者 藤原 進治

茨城県つくば市北原 6 住友化学工業株式
会社内

(74)代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外 2 名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法

(57)【要約】

【課題】酸化錫の分散状態が良好で、高密度のITO焼結体を与える焼結性に優れたITO粉末を容易に製造可能な方法を提供する。

【解決手段】(1) 金属錫と硝酸水溶液を反応させて得られるβ-錫酸と、インジウム塩水溶液とを混合してβ-錫酸が分散したインジウム塩水溶液を調製後、β-錫酸が分散したインジウム塩水溶液をアルカリ水溶液にて中和して、得られるインジウム-錫含有沈殿を焼成することを特徴とする酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法。

(2) 焼成をハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスを1体積%以上含有する雰囲気ガス中で行うことを特徴とする上記(1)記載の酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法。

(3) 上記(1)または(2)記載の製造方法により得られる累積粒度分布の50%径が1μm以下である酸化インジウム-酸化錫粉末。

(4) 上記(3)記載の酸化インジウム-酸化錫粉末を焼結して得られる酸化インジウム-酸化錫焼結体。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】金属錫と硝酸水溶液を反応させて得られるβ-錫酸と、インジウム塩水溶液とを混合してβ-錫酸が分散したインジウム塩水溶液を調製後、β-錫酸が分散したインジウム塩水溶液をアルカリ水溶液にて中和して、得られるインジウム-錫含有沈殿を焼成することを特徴とする酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法。

【請求項 2】焼成をハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスを 1 体積%以上含有する雰囲気ガス中で行うことを特徴とする請求項 1 記載の酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法。

【請求項 3】請求項 1 または 2 記載の製造方法により得られる累積粒度分布の 50% 径が 1 μm 以下である酸化インジウム-酸化錫粉末。

【請求項 4】請求項 3 記載の酸化インジウム-酸化錫粉末を焼結して得られる酸化インジウム-酸化錫焼結体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法に関する。さらに詳しくは、酸化錫の分散性に優れ、焼結性に優れた酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】酸化錫を 2～20 重量%含有する酸化インジウム-酸化錫 (Indium-Tin-Oxide: 以下、ITO と略することがある) 薄膜は、高い導電性と優れた透光性を有するために、液晶ディスプレイ用の透明導電膜として利用されている。ITO 薄膜を形成させる方法としては、ITO 微粉末を含んだペーストを基材に塗布する方法や、ITO 粉末を成形、焼結して得た ITO 焼結体ターゲットのスパッタリングによって基

材面に ITO 薄膜を形成させる方法などがあげられる。

【0003】ITO 粉末の製造方法としては、例えば、インジウム塩と錫塩の混合水溶液とアンモニア等の沈殿生成剤とを混合し、インジウム-錫含有沈殿を得て、次いでこれを乾燥して焼成することにより、酸化錫が均一に分布した ITO 粉末を製造する方法が、例えば、特開昭 62-7627 号公報に開示されている。この方法は、従来より共沈法として知られている方法である。

【0004】しかしながら、従来の共沈法による製造においては、ITO 粉末の前駆体として得られるインジウムと錫を含む沈殿はゲル状であるために、濾過等による固液分離が難しく、また該沈殿の乾燥物は強固な塊状となり、該乾燥物を焼成して得られる ITO 粉末には、一次粒子が強固に固着した凝集粒子が多く含まれるために、解砕による微粒子化が容易でない。さらに上記のように凝集粒子が多く含まれる ITO 粉末を用いて ITO 焼結体を作製した場合、理論密度の 90% 以上の高密度の ITO 焼結体を得ることは難しい。理論密度の 90% を下回るような低密度の ITO 焼結体をスパッタリング

ターゲットとして使用してスパッタリングを行った場合、ターゲット表面でのノジュールの発生や成膜速度が遅くなる等のスパッタリング効率の低下や、得られる ITO 薄膜の導電性や透光性が劣るなどの問題が発生する。

【0005】また、共沈法の原料であるインジウムと錫塩の混合水溶液としては、通常、塩化物水溶液等が用いられる。塩化物水溶液を用いる場合、例えば、錫と塩酸を反応させて塩化錫水溶液を調製するときは、錫の塩酸に対する溶解速度が遅く、インジウムと錫塩の混合水溶液を迅速に調製することが困難であり、さらに生産効率を向上させることが求められている。錫との反応性が高い酸性水溶液として、例えば、硝酸が挙げられるが、例えば、錫と硝酸を反応させて硝酸錫水溶液を調製するときは、逆に反応性が高すぎるために、迅速にβ-錫酸が析出し、インジウムと錫塩の混合水溶液を調製することが困難であり、共沈法を適用することができない。

【0006】また、特開平 4-325415 号公報に、硝酸インジウム水溶液を 70～95℃に加熱して、該水溶液にアルカリ水溶液を添加した後、濾過、乾燥することによって得られる針状水酸化インジウムを仮焼することにより、凝集性の弱い酸化インジウム粉末を製造する方法、および該酸化インジウム粉末に酸化錫粉末を添加、混合した粉末を焼結用原料として用いることにより、理論密度の 70% 以上の密度の ITO 焼結体が製造できることが開示されている。しかしながら、この方法で製造されるのは酸化インジウム粉末であって、ITO 焼結体原料とするためには、別途製造した酸化錫粉末をボールミル等で混合する工程が必要となるが、この場合、酸化錫粉末の分散状態を均一にすることが難しく、酸化錫の分散状態は共沈法に比較して劣る等の問題を有している。

【0007】また、特開平 10-59719 号公報に、酸化錫粉末の表面にインジウム-錫複合水酸化物又はインジウム-錫複合酸化物の被覆層を形成させることにより、焼結性の良いインジウム複合酸化錫粉末を製造することが開示されている。しかしながら、この方法でも、酸化錫粉末を用いてインジウム-錫複合酸化物粉末を製造しているために、該粉末を用いて、ITO 焼結体を作製した場合、酸化錫粉末の分散状態を均一にすることが難しく、酸化錫の分散状態は共沈法に比較して劣る等の問題を有している。

【0008】酸化錫の分散状態が悪い ITO ターゲットをスパッタリングすると、ターゲット表面にノジュールが多量発生し、ターゲットの寿命が短くなる等の問題がある。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、酸化錫の分散状態が良好で、高密度の ITO 焼結体を与える焼結性に優れた ITO 粉末を容易に製造可能な方法を提

供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、金属錫と硝酸を反応させてβ-錫酸を調製後、インジウム塩水溶液と混合すると、β-錫酸が分散したインジウム塩水溶液が得られ、これを中和して生成するインジウム-錫含有沈殿を焼成すると、酸化錫の分散状態が良好な、ITO粉末が得られること、さらにこのITO粉末を焼結すると、高密度のITO焼結体が製造できることを見出し、発明を完成するに至った。

【0011】すなわち、本発明は次の発明(1)～(4)を提供する。

(1) 金属錫と硝酸水溶液を反応させて得られるβ-錫酸と、インジウム塩水溶液とを混合してβ-錫酸が分散したインジウム塩水溶液を調製後、β-錫酸が分散したインジウム塩水溶液をアルカリ水溶液にて中和して、得られるインジウム-錫含有沈殿を焼成することの特徴とする酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法。

(2) 焼成をハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスを1体積%以上含有する雰囲気ガス中で行うことを特徴とする上記(1)記載の酸化インジウム-酸化錫粉末の製造方法。

(3) 上記(1)または(2)記載の製造方法により得られる累積粒度分布の50%径が1μm以下である酸化インジウム-酸化錫粉末。

(4) 上記(3)記載の酸化インジウム-酸化錫粉末を焼結して得られる酸化インジウム-酸化錫焼結体。

【0012】

【発明の実施の形態】以下に、本発明について詳しく説明する。まず、錫金属と硝酸水溶液を反応させβ-錫酸を調製する。硝酸の濃度はいかなる濃度であっても良いが、β-錫酸が生成する速度が速いため、硝酸の濃度が8mol/L～16mol/Lであることが好ましい。得られるβ-錫酸は乾燥粉末として回収しても良いが、微粒であり、濾過が困難であるため、反応後の残った硝酸中に分散したβ-錫酸スラリーとして回収する方が好ましい。続いて、β-錫酸とインジウム塩水溶液を混合する。β-錫酸は微粒であるため、インジウム塩水溶液に容易に分散する。

【0013】本発明で使用されるインジウム塩水溶液としては、硝酸インジウム $[\text{In}(\text{NO}_3)_3]$ を水に溶解させたもの、あるいは金属インジウムを硝酸に溶解させたもの等を例示することができるが、金属インジウムを硝酸に溶解させたものが高純度なインジウム塩の水溶液となりやすいため好ましい。

【0014】また、インジウム塩水溶液中のインジウムの濃度とβ-錫酸中の錫の濃度は、最終的に得ようとするITO粉末に含有される酸化錫量に対応して決定すれば良い。ITOの導電性を考慮して、最終的に得られる

ITO粉末中の酸化錫含有量が2～20重量%となるように、インジウム塩の水溶液中のインジウムの濃度とβ-錫酸中の錫の濃度を選ぶことが好ましい。

【0015】次いで、β-錫酸を含有するインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液を混合し反応させて、インジウム-錫含有沈殿を生成させる。β-錫酸を含有するインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液を混合し反応させる方法は、特に限定はされないが、①錫含有沈殿を含有するインジウム塩水溶液に攪拌を行いながらアルカリ水溶液を供給する方法、②アルカリ水溶液に攪拌を行いながら錫含有沈殿を含有するインジウム塩水溶液を供給する方法、③水に攪拌を行いながら錫含有沈殿を含有するインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液を供給する方法、などが挙げられる。

【0016】用いるアルカリ水溶液は特に限定されるものではないが、アンモニア水や水酸化ナトリウム水溶液等が挙げられる。

【0017】また、反応時の温度は特に限定されるものではないが、40℃以上100℃以下で行うことが、得られるインジウム-錫含有沈殿の濾過性およびインジウム-錫含有沈殿の乾燥物の解砕性が良好になるため好ましい。反応後のpHは4以上であることがインジウム-錫含有沈殿が収率良く、生成するために好ましい。

【0018】次いで、濾過等による固液分離を行って、生成したインジウム-錫含有沈殿を採取する。濾過の方法は特に限定されず、吸引濾過、フィルタープレス等の方法が挙げられる。また、固液分離後のインジウム-錫含有沈殿には、反応時に副生成した硝酸アンモニウムなどのアンモニウム塩、硝酸ナトリウムなどのアルカリ金属塩などの塩類が付着しているため、該沈殿を洗浄することが必要である。洗浄する液としては、副生成した塩類を溶解するような、蒸留水やイオン交換水等の水、あるいは、アンモニア水等のアルカリ水溶液を用いることができる。

【0019】次いで、固液分離後のインジウム-錫含有沈殿を焼成する。焼成の前工程として、固液分離後のインジウム-錫含有沈殿を乾燥することが好ましい。乾燥の方法は特に限定されず従来から知られている方法を用いることができる。乾燥温度は特に限定されず、インジウム-錫含有沈殿に付着した水分を除去できる程度の温度、例えば90～200℃程度の温度範囲で行えば良い。

【0020】次に、上記の方法で得られたインジウム-錫含有沈殿の乾燥物を焼成することによってITO粉末とする。焼成温度の範囲は、600～1300℃であることが必要であり、好ましくは、800～1200℃である。焼成温度が600℃未満では、結晶化温度が十分でなかったり、インジウム-錫含有沈殿の乾燥物に付着した硝酸アンモニウム等の塩の分解が不十分であったりする。また焼成温度が1300℃を超える場合には、一

次粒子が結晶成長し一部が凝集して、焼結性が良好な ITO 粉末が得られない場合がある。

【0021】焼成の雰囲気ガスとしては、空気、酸素、窒素あるいは塩化水素、臭化水素、ヨウ化水素等のハロゲン化水素ガス、または、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲンガスを用いることが好ましいが、ハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスを含有する雰囲気中での焼成がより好ましく、塩化水素ガスを含有する雰囲気ガス中での焼成が特に好ましい。塩化水素ガスを含有する雰囲気ガス中での焼成によって、最も一次粒子の凝集の弱い ITO 粉末を得ることができる。

【0022】ハロゲン化水素ガスあるいはハロゲンガス、特に塩化水素ガスを含有する雰囲気中で焼成する場合、雰囲気ガスの全体積に対して、該ガスを好ましくは 1 体積%以上、より好ましくは 5 体積%、さらに好ましくは 10 体積%以上含有する雰囲気ガス中にて焼成する。ハロゲン化水素ガスの濃度の上限は特に限定されないが、工業的な生産性の面から、好ましくは 70 体積%以下、より好ましくは 50 体積%以下、さらに好ましくは 40 体積%以下である。該ガスの希釈ガスとしては、例えば、アルゴン等の不活性ガス、窒素、酸素、空気またはこれらの混合ガスを用いることができる。

【0023】ハロゲン化水素ガスあるいはハロゲンガスを含有する雰囲気ガス、特に塩化水素ガスを含有する雰囲気ガスは、600℃以上で導入することが好ましい。600℃未満の温度から、塩化水素ガスを含有する雰囲気ガスを導入すると、ITO 揮発損失が多くなり、収率が低下する等の問題が生ずる場合がある。また、所定温度で所定時間焼成した後は、塩化水素ガスを含有する雰囲気ガスの供給を止めて、アルゴン等の不活性ガス、窒素、酸素、空気またはこれらの混合ガスを含有する雰囲気ガスを供給し冷却することが好ましい。

【0024】焼成における雰囲気ガスの圧力は特に限定されず、工業的に用いられる範囲において任意に選ぶことができる。適切な焼成の時間は雰囲気ガスの濃度や焼成の温度にも依存するので必ずしも限定されないが、好ましくは 1 分以上、より好ましくは 10 分以上である。雰囲気ガスの供給源や供給方法は特に限定されない。原料であるインジウム錫含有沈殿が存在する反応系に上記の雰囲気ガスを導入することができればいい。

【0025】焼成装置は必ずしも限定されず、いわゆる焼成炉を用いることができる。特に、ハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスをを用いる場合、焼成炉はハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスに腐食されない材質で構成されていることが好ましい。さらに雰囲気ガスの組成を調節できる装置を備えていることが望ましい。また、ハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスという腐食性ガスをを用いるので、焼成炉は気密性があることが望ましい。

【0026】工業的には連続法で焼成することが好まし

く、例えば、トンネル炉等に用いることができる。腐食性ガス雰囲気中での焼成の場合、焼成工程で用いられる装置、坩堝やボートは、アルミナ製、石英製、耐酸レンガ或いはグラファイト製であることが好ましい。また、焼成後の ITO 粉末は解砕することが好ましい。ITO 粉末の解砕方法としては特に限定されるものではなく、例えば通常工業的に用いられる、振動ミル、ボールミルやジェットミル等による解砕方法が挙げられるが、本発明の ITO 粉末の解砕方法としては、ITO 粉末中の一次粒子同士の凝集は弱いため、軽度の解砕、例えば、ボールミルやジェットミル等による程度の解砕を利用し得る。また、ボールミル解砕に際しては、乾式解砕または湿式解砕、またはこれらの組み合わせのいずれの方法も用いることができる。

【0027】ITO 粉末の解砕に用いられる粉砕容器やボールとしては、粉砕容器としてはアルミナ製や樹脂製等のものを用いることができ、粉砕用ボールとしてはアルミナ製やジルコニア製や樹脂製等のものを用いることができるが、ボールミル粉砕の際に粉砕容器やボールからの汚染が少ない、粉砕用容器としては樹脂製で、粉砕用ボールとしては耐摩耗性の高いジルコニアボールを用いることが好ましい。

【0028】また、焼成の際の雰囲気ガスとして、特にハロゲン化水素ガスまたはハロゲンガスをを用いた場合、焼成後の ITO 粉末には、ハロゲン分が多量に残存する可能性がある。残存ハロゲン、特に残存塩素量が多い場合には、相対密度が 90%、好ましくは 95%を超えるような高密度の焼結体が得られない場合もあるが、このような場合には、焼成後または焼成し解砕した後の ITO 粉末を、水あるいはアルカリ水溶液で洗浄、または、水蒸気、酸素から選ばれた 1 種以上のガスを 0.1 体積%以上含有する雰囲気中で熱処理して、残存ハロゲン量を低減することができる。

【0029】上記の製造方法によって得られた ITO 粉末は Sn の分散性に優れ、相対密度が 90%以上、好ましくは 95%以上の高密度焼結体を得ることを可能とする、易焼結性の ITO 粉末である。

【0030】次に、本発明の ITO 粉末を用いる焼結体の製造方法につき説明する。まず ITO 粉末の成形を行う。成形の方法としては、いかなる方法によっても良い。例えば、金型により成形する方法、冷間等方静水圧プレスにより成形する方法、スリップキャストにより成形する方法等が挙げられるが、相対密度が 90%以上の高密度焼結体を製造するには、これらの方法を併用することが好ましい。また成形し易いように、ITO 粉末に有機バインダー等を添加したり、スプレイドライ等の造粒の操作を施すことにより、易焼結性の ITO 成形体を製造することができる。次いで得られた ITO 成形体を焼結して、ITO 焼結体を製造する。焼結の雰囲気としては、酸素雰囲気、大気雰囲気等が挙げられるが、相対

密度が90%以上の焼結体を得るためには、酸素雰囲気
が好ましい。その際の酸素濃度としては90体積%以上
好ましくは95体積%以上である。また焼結温度の範囲
としては1300℃～1700℃が好ましく、さらに好
ましくは1400℃～1650℃で、所定時間保持する
ことが好ましい。その保持時間は、焼結体の相対密度が
90%以上になる限り、特に制限はないが、通常1～4
0時間、好ましくは2～20時間である。また焼結温度
になる前に900℃～1250℃で所定時間保持を行う
ことにより、さらに高密度の焼結体を作製することが
10 できる。また成形時に有機バインダーを添加した場合は、
脱バインダー等の処理を900℃以下で行うことが好ま
しい。

【0031】このようにして得られる本発明のITO焼
結体は、酸化錫の分散が極めて良好な、相対密度が90
%以上、好ましくは95%以上、さらに好ましくは98
%以上と高密度のITO焼結体であり、高密度のITO
ターゲットとすることができる。本発明のITO焼結体
をITOターゲットにして、スパッタリングを行うと、
ターゲット表面におけるノジュールの発生を抑制するこ
10 とができ、ターゲットの寿命を長くすることができる。
また本発明のITO焼結体を用いて作製したITOター
ゲットについてスパッタリングを行って、得られるITO
薄膜は高導電性、高透光性の薄膜であり、液晶ディス
プレイ等の透明導電膜として適している。

【0032】

【実施例】次に、本発明を実施例によりさらに詳しく説
明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるもので
はない。

【0033】実施例1

金属インジウム（純度99.99%）750gを硝酸3
Lに溶解して硝酸インジウム水溶液（A）を得た。金属錫
79.4gと硝酸0.3Lとを反応させて、β-錫酸沈
殿（B）を得た。硝酸インジウム水溶液（A）とβ-錫酸
沈殿（B）を混合し、さらに28%アンモニア水900
mlを混合し、pHを0.7に調整したβ-錫酸沈殿がゾ
ル状に分散した硝酸インジウム水溶液を得た。次いで、
40L反応槽の中に純水12Lを入れ、60℃に保持し
た。この60℃の純水12Lを攪拌回転数370r.
p.m.で攪拌しながら、β-錫酸沈殿がゾル状に分散
した硝酸インジウム水溶液と28%アンモニア水を、反
応中のpHを5.0に維持するように73分かけて同時
に供給し、インジウム-錫含有沈殿を生成させた。イン
ジウム-錫含有沈殿を生成後、60℃にて30分攪拌
し、60℃にて2時間静置し、さらに室温で14時間静
置して沈殿を熟成した。次いで、吸引濾過を行い、洗浄
を行い、沈殿を回収した。この沈殿を130℃にて乾燥
した。さらに、乾燥した沈殿を、石英製のボートに充填
し、管状炉にて焼成を行った。焼成温度は1100℃で
40分とし、昇温速度は5℃/分とした。雰囲気ガスと
50

しては、室温から1000℃までは空気のみを流し、1
000℃から1100℃までは20体積%の塩化水素ガ
ス（空気希釈）を流した。焼成後は空気のみを流して冷
却し、炉から取り出した粉末を水洗、乾燥してITO粉
末を得た。得られたITO粉末を湿式ボールミル解砕し
た。

【0034】湿式ボールミル解砕したITO粉末を直径
20mmの円盤状に成形して、1600℃にて焼結した
結果、焼結体密度7.14g/cm³で理論密度99.
7%まで緻密化したITO焼結体が得られた。この際に
ITO焼結体の理論密度としては、7.16g/cm³
とした。得られたITO焼結体を研磨し、日本電子製E
PMA（JXA8600M）でSnのマッピング分析を
行った結果、Snの分散性は極めて良好で、共沈法によ
り調製されたITO粉末から作製された焼結体のSnの
分散性と同等であることがわかった。

【0035】実施例2

金属インジウム（純度99.99%）75gを硝酸35
0mlに溶解して硝酸インジウム水溶液（C）を得た。
次いで、焼成すると酸化錫10.1gとなるβ-錫酸沈
殿25.9gと硝酸インジウム水溶液（C）を混合し、
さらに28%アンモニア水74.2gを混合し、pHを
0.6に調整したβ-錫酸沈殿がゾル状に分散した硝酸
インジウム水溶液を得た。次いで、β-スズ酸沈殿がゾ
ル状に分散した硝酸インジウム水溶液を60℃に保持し
た。この60℃のβ-錫酸沈殿がゾル状に分散した硝酸
インジウム水溶液を攪拌回転数200r.p.m.で攪
拌しながら、28%アンモニア水142.1gを10分
かけて供給し、インジウム-錫含有沈殿を生成させた。
20 インジウム-錫含有沈殿を生成後、60℃にて30分攪
拌し、60℃にて2時間静置し、さらに室温で14時間
静置して沈殿を熟成した。次いで、吸引濾過を行い、洗
浄を行い、沈殿を回収した。この沈殿を130℃にて乾
燥した。さらに、乾燥した沈殿を、石英製のボートに充
填し、管状炉にて焼成を行った。焼成温度は1100℃
で40分とし、昇温速度は5℃/分とした。雰囲気ガス
としては、室温から1000℃までは空気のみを流し、
1000℃から1100℃までは20体積%の塩化水素
ガス（空気希釈）を流した。焼成後は空気のみを流して
冷却し、炉から取り出した粉末を水洗、乾燥してITO
粉末を得た。得られたITO粉末を湿式ボールミル解砕
した。

【0036】湿式ボールミル解砕したITO粉末を直径
20mmの円盤状に成形して、1600℃にて焼結した
結果、焼結体密度7.15g/cm³で理論密度99.9%
まで緻密化したITO焼結体が得られた。

【0037】本発明のITO粉末は、ITO焼結体製造
用の原料粉末として使用する場合には、高密度のITO
焼結体が得られ、その高密度のITO焼結体をスパッタ
リングターゲットとして用いた場合、スパッタリング効

率を向上させることが期待できる。また、本発明の微粒子からなるITO粉末は、透明導電性のフィラー用途としても適している。

【0038】

【発明の効果】本発明によれば、インジウム-錫含有沈殿を得て、該沈殿を焼成するITO粉末の製造方法にお*

*いて、Snの分散が良好で易焼結性のITO粉末を容易に生産することが可能となり、このITO粉末を焼結してITO焼結体を製造し、ITOターゲットにして、スパッタリングを行うと、ターゲット表面におけるノジュールの発生を抑制することができ、ターゲットの寿命を長くすることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 三枝 邦夫
茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式
会社内

Fターム(参考) 4G030 AA34 AA39 BA02 BA15 GA01